

PENGARUH PH DAN TEMPERATUR TERHADAP KINERJA SENSOR POTENSIOMETRI RHODAMIN B BERBASIS KITOSAN

Firda Syawalina Thahir, Atikah* dan Qonitah Fardiyah

*Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Brawijaya
Jl. Veteran Malang 65145*

*Koresponden Penulis, Tel : +62-341-575838, Fax : +62-341-575835,
email: atikah_chem@ub.ac.id

ABSTRAK

Tujuan dari penelitian ini adalah menentukan pengaruh pH dan temperatur terhadap kinerja sensor potensiometri Rhodamin B berbasis kitosan serta aplikasinya pada penentuan kadar Rhodamin B yang terdapat pada makanan yang hasilnya dibandingkan dengan metoda standar spektrofotometri sinar tampak. Sensor potensiometri yang digunakan berupa elektroda selektif ion (ESI) Rhodamin B yang terbuat dari konduktor kawat Pt yang dilapisi oleh membran yang terdiri dari bahan aktif kitosan terprotonasi menggunakan asam asetat 3% pada pH 5, bahan berpendukung campuran polivinil klorida (PVC), pemlastis dioktil sebakat (DOS) dengan perbandingan 4:35:61 (b/b) dalam pelarut tetrahidrofuran (THF) dengan perbandingan 1:3 (b/v). Pengaruh pH dan temperatur ditentukan dengan mengukur potensial larutan Rhodamin B pada kisaran pH 3–8 dan kisaran temperatur 15–45 °C dimana pH dan temperatur optimum dilihat dari sensor potensiometri yang memberikan karakteristik yang baik yang ditunjukkan dengan harga Faktor Nernst teoritis (59,2 mV/dekade konsentrasi). Sensor diaplikasikan pada penentuan Rhodamin B dalam sampel saos makanan, hasilnya dibandingkan dengan metoda standar spektrofotometri sinar tampak pada panjang gelombang 545 nm. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa kinerja sensor potensiometri Rhodamin B berbasis kitosan tidak dipengaruhi oleh pH pada rentang pH 4–5 dan temperatur pada rentang 20–45 °C serta dapat diaplikasikan pada sampel saos tomat pada konsentrasi 17,32–24,88 ppm yang memberikan akurasi 94,66% dan presisi 92,15%.

Kata kunci: kitosan, pH, Rhodamin B, sensor potensiometri, temperatur

ABSTRACT

The aim of this research is to determine the influence of pH and temperature to the performance of Rhodamin B potentiometry sensor based on chitosan membrane and applied in determination of Rhodamin B in tomato saoe as real sample and their result was compare to standard spectrophotometric method. Rhodamin B potentiometry sensor that are used in the form of coated wire ion selective Rhodamine B electrodes (Rhodamine B CWE) was made from Pt wire conductors are covered by membranes composed of chitosan protonated as an active ingredients using 3% acetic acid at pH 5, supported material a mixture of polyvinyl chloride (PVC) , plasticizer dioctyl sebacate (DOS) using weight ratio 4:35:61 (w/w) dissolved in tetrahydrofuran (THF) solvent in the ratio 1:3 (w/v). The influence of pH and temperature were determined by measuring the potential of Rhodamin B solution at pH ranging 3–8 and temperature ranging 15–45 °C. The influence of pH and temperature was optimized in order to obtain acceptable character of potentiometry sensors including ideal value Nernst factor (59,2 mV/decade of concentration). The sensor was applied to the determination of Rhodamine B in tomato sauce samples, the results were compared with standard methods visible spectrophotometry. The research result showed that the performance Rhodamine B potentiometric sensors based on chitosan membranes is not influenced by pH solution at ranging pH 4–5 and temperature at ranging 20–45 °C. This kind of Rhodamin B CWE was successfully applied in determination of Rhodamine B in tomato saoe as real sample at a concentration range 17.32 to 24.88 ppm, and their result is compared to visible spectrophotometric method that provides an accuracy of 94.66% and a precision of 92.15%.

Keywords: chitosan, pH, Rhodamine B, potentiometry sensors, temperature

PENDAHULUAN

Bahan tambahan pangan pada umumnya digunakan untuk memperbaiki warna atau mempertahankan mutu pada makanan. Beberapa bahan kimia yang bersifat toksik jika digunakan dalam pangan akan menimbulkan gangguan kesehatan. Oleh karena itu penggunaan bahan kimia berbahaya pada makanan dilarang [1]. Rhodamin B ($C_{28}H_{31}N_2O_3Cl$) merupakan zat warna merah yang komersial dan bersifat racun yang dapat menyebabkan kanker. Bahan ini sering disalahgunakan sebagai bahan tambahan makanan karena memiliki warna merah cemerlang dan dijual dengan harga murah sehingga makanan menjadi lebih menarik [2].

Dalam penelitian ini, metode yang digunakan untuk menganalisa Rhodamin B yaitu metode potensiometri menggunakan Elektroda Selektif Ion (ESI) yang merupakan sensor kimia yang mendeteksi ion dalam larutan analit secara selektif [3].

Untuk mengetahui apakah kinerja dari ESI dipengaruhi lingkungan dimana ia digunakan maka penting untuk dilakukan pengujian pengaruh pH dan temperatur. Pengaruh pH memegang peranan penting dalam penelitian ini karena kinerja membran kitosan dan muatan gugus pada Rhodamin B dipengaruhi oleh pH. Pada pH di bawah pK_a kitosan sekitar 6,3 kebanyakan molekul kitosan bermuatan positif karena terprotonasi dari gugus NH_2 menjadi NH_3^+ yang diperlukan agar bersifat sebagai penukar anion [4]. Pengaruh pH terhadap Rhodamin B berkaitan dengan perubahan muatan gugus fungsi karboksil. Sehingga pada pH di atas 3, Rhodamin B berada sebagai anionnya sedangkan pada pH di bawah 3, Rhodamin B berada sebagai molekulnya yang tidak bermuatan [5]. Oleh karena itu, perlu dilakukan pengukuran pH pada rentang pH 3 sampai 8.

Temperatur larutan sampel dapat mempengaruhi kestabilan membran sehingga jumlah membran yang melapisi kawat Pt dapat berkurang karena mengalami dekomposisi sebagian pada temperatur tinggi. Selain itu, perubahan temperatur $10^\circ C$ pada larutan sampel dapat menyebabkan perubahan harga Faktor Nernst 1 mV/decade [6]. Oleh karena itu, temperatur pengukuran dilakukan pada rentang 15 sampai $45^\circ C$

Perumusan masalah dari penelitian ini adalah (1) Bagaimana pengaruh pH dan temperatur terhadap kinerja sensor potensiometri berbasis kitosan yang dihasilkan untuk mendeteksi Rhodamin B (2) Berapakah kandungan Rhodamin B yang ditemukan dalam makanan, dan bagaimana hasilnya jika dibandingkan dengan metoda standar spektrofotometri visibel (sinar tampak) Tujuan penelitian ini adalah (1) Mempelajari pengaruh pH dan

temperatur terhadap kinerja sensor potensiometri berbasis kitosan (2) Mengetahui kandungan Rhodamin B yang ditemukan dalam makanan serta akurasi dan presisi hasil pengukurannya.

METODE PENELITIAN

Bahan dan alat

Potensiometer, pH meter merek Schott Gerate CG-820, elektroda pembanding Hg/Hg₂Cl₂, pengaduk magnetik (stirer), statif, neraca analitik merek Adventurer model AR 2130, termostat, Rhodamin B 0,5 M, NaOH, HNO₃ 1:1 (v/v), H₃PO₄ 85%, bubuk kitosan dengan derajat deasetilasi 65% (b/b), polimer polivinil klorida (PVC) (Sigma), dioktilsebacat (DOS) (Sigma), tetrahidrofuran (THF) (E-Merck), asam asetat 100% (v/v), kawat Pt, plastik polietilen (PE), dan akuades dengan nilai konduktivitas sebesar 1–2 µS/cm.

Pengukuran potensial pengaruh pH dan temperatur pada sensor potensiometri Rhodamin B

Pengukuran potensial terhadap pengaruh pH dilakukan dengan mengukur potensial larutan Rhodamin B konsentrasi $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M pada rentang pH 3, 4, 5, 6, 7, 8 dan ditentukan Faktor Nernst-nya terhadap pH. Pengukuran potensial terhadap pengaruh pH dilakukan dengan 3 kali pengulangan. Adanya penyimpangan harga Faktor Nernst yang dihasilkan menunjukkan adanya pengaruh pH terhadap kinerja sensor potensiometri Rhodamin B.

Pengukuran potensial terhadap pengaruh temperatur dilakukan dengan mengukur potensial larutan Rhodamin B konsentrasi $1 \times 10^{-5} - 1 \times 10^{-1}$ M pH 5 pada rentang temperatur 15, 20, 25, 30, 35, 40 dan 45 °C. Penurunan temperatur dilakukan dengan menaruh botol sampel yang berisi larutan ke dalam lemari pendingin dan peningkatan suhu dilakukan dengan menaruh tabung reaksi yang berisi larutan ke dalam *water bath*. Pengukuran temperatur diamati dengan menggunakan termostat. Pengukuran potensial yang dihasilkan dicatat. Adanya penyimpangan harga Faktor Nernst menunjukkan adanya pengaruh temperatur terhadap kinerja sensor potensiometri Rhodamin B.

Aplikasi penentuan kadar Rhodamin B dalam sampel saos

Sampel saos tomat yang didapat dari pedagang bakso dan cilok diambil sebanyak 5 gram dan diencerkan dengan aquades hingga 100 ml. Larutan saos tersebut kemudian dipipet sebanyak 10 ml dan dipindahkan secara kuantitatif ke dalam labu takar 50 ml, diencerkan dengan akuades hingga tanda batas dan dihomogenkan.

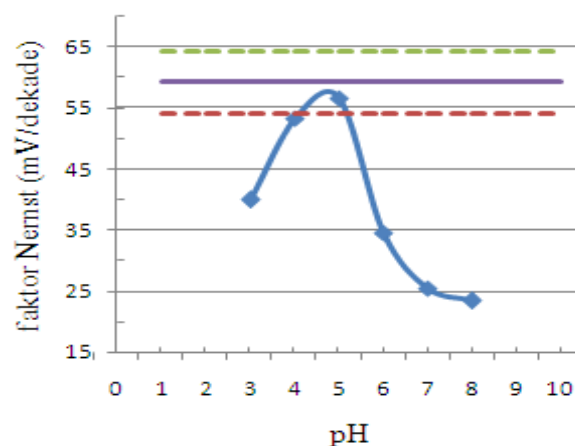
Larutan sampel yang dibuat dimasukkan ke dalam botol film sebanyak 25 mL, kemudian dilakukan pengukuran potensial terhadap sampel tersebut. Potensial yang diperoleh dari pengukuran, diekstrapolasikan ke sumbu x pada kurva baku yang telah dibuat sehingga dapat diketahui kadar Rhodamin B yang terkandung dalam sampel saos.

Metode spektrofotometri visible merupakan metode standar yang digunakan untuk perbandingan dengan metode potensiometri. Larutan sampel yang didapatkan dimasukkan dalam kuvet dari alat spektrofotometer, kemudian dilakukan pengukuran absorbansi larutan pada panjang gelombang maksimum larutan rhodamin B yaitu 545 nm. Absorbansi yang didapatkan dari pengukuran, diekstrapolasikan ke sumbu x pada kurva baku yang telah dibuat sehingga dapat diketahui kadar Rhodamin B yang terkandung dalam sampel saos.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengaruh pH dan temperatur terhadap kinerja sensor potensiometri Rhodamin B

Sensor potensiometri yang digunakan berupa elektroda selektif ion (ESI) Rhodamin B yang terbuat dari konduktor kawat Pt yang dilapisi oleh membran yang terdiri dari bahan aktif kitosan terprotonasi menggunakan asam asetat 3% pada pH 5, bahan berpendukung campuran polivinil klorida (PVC), pemlastis dioktil sebakat (DOS) dengan perbandingan 4:35:61 (b/b) dalam pelarut tetrahidrofur (THF) dengan perbandingan 1:3 (b/v). Hasil pengukuran pengaruh pH pada rentang pH 3, 4, 5, 6, 7 dan 8 terhadap kinerja sensor potensiometri Rhodamin B disajikan pada Gambar 1.



Gambar 1. Pengaruh pH terhadap kinerja sensor potensiometri Rhodamin B

Keterangan : —◆— Faktor Nernst penelitian, - - - batas bawah Faktor Nernst teoritis, - - - - batas atas Faktor Nernst teoritis, — Faktor Nernst teoritis

Nilai Faktor Nernst teoritis untuk ion monovalen adalah 59,2 mV/dekade konsentrasi. Dengan batas minimal yang diijinkan adalah 54,2 mV/dekade konsentrasi dan batas maksimal yang diijinkan 64,2 mV/dekade konsentrasi.

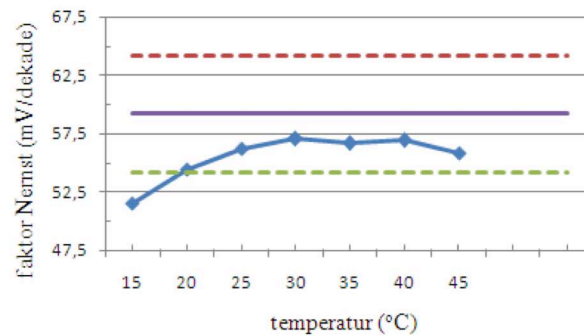
Kondisi pH optimum sensor potensiometri berbasis kitosan untuk mendeteksi rhodamin B dicapai pada pH 5. Berdasarkan data dalam Gambar 1 dapat diketahui bahwa pada pH 5, sensor potensiometri rhodamin B memberikan harga Faktor Nernst dalam rentang yang masih diperbolehkan yaitu 56,63 mV/dekade demikian juga pada pH 4 harga Faktor Nernst mendekati harga Faktor Nernst dalam rentang teoritis yaitu sebesar 53,3 mV/dekade. Pada pH ≤ 5 , terjadi proses protonasi pada gugus aktif kitosan yaitu aktivasi pada gugus $-\text{NH}_2$ menjadi $-\text{NH}_3^+$ yang mampu berikatan dengan anion analit rhodamin B yang pada pH tersebut gugus fungsi karboksilat rhodamin B lebih dominan sebagai anion karboksilat, sehingga memberikan respon potensial yang mendekati harga Faktor Nernst teoritis.

Pada pH ≥ 6 respon ESI sudah menyimpang dari harga teoritis yang diperbolehkan. Hal ini karena harga pKa kitosan adalah 6,2, maka pada pH ini gugus $-\text{NH}_3^+$ yang terbentuk lebih sedikit karena kitosan mengalami deprotonasi yang berdampak pada menurunnya kapasitas penukar anion dari kitosan, meskipun pada pH ini jumlah gugus anion karboksilat ArCOO^- dari rhodamin B bertambah banyak. Pada pH 8, dapat juga disebabkan karena jumlah konsentrasi ion H^+ adalah 10^{-8} M, berarti terdapat OH^- sebesar 10^{-6} M yang akan menambah jumlah OH^- dalam larutan sehingga dapat memperbesar jumlah OH^- dalam membran. Hal ini dapat dinyatakan bahwa terjadi kompetisi antara ArCOO^- dan OH^- dalam mengikat gugus NH_3^+ kitosan. Oleh karena itu pada pH 6–8 respon ESI tidak *Nernstian* atau dengan kata lain kinerja ESI dipengaruhi oleh pH.

Hasil pengukuran pengaruh temperatur 15, 20, 25, 30, 35, 40 dan 45 °C terhadap kinerja sensor potensiometri Rhodamin B disajikan pada Gambar 2. Berdasarkan Gambar 2 diketahui bahwa pada temperatur 20–45 °C masih memberikan harga Faktor Nernst dalam rentang yang masih diperbolehkan dan berharga cukup konstan sehingga tidak mengganggu kinerja sensor potensiometri Rhodamin B.

Pada temperatur 15 °C sensor potensiometri Rhodamin B memberikan harga Faktor Nernst menyimpang dari harga Faktor Nernst teoritis yang masih diperbolehkan. Hal ini karena pada temperatur rendah, kelarutan Rhodamin B kecil sehingga anion ArCOO^- dalam larutan juga kecil sehingga rasio konsentrasi Rhodamin B dalam larutan dan dalam membran

menjadi kecil sehingga respon ESI tidak *Nernstian*, meskipun pada temperatur rendah kestabilan membran masih baik.



Gambar 2. Pengaruh temperatur terhadap kinerja sensor potensiometri Rhodamin B
Keterangan : —◆— Faktor Nernst penelitian, — — — batas bawah Faktor Nernst teoritis, — — — batas atas Faktor Nernst teoritis, — Faktor Nernst teoritis

Pada temperatur 20–45 °C sensor potensiometri Rhodamin B memberikan harga Faktor Nernst masih dalam rentang harga Faktor Nernst yang diperbolehkan. Kenaikan temperatur dapat meningkatkan mobilitas ion karena energi kinetik suatu ion akan bertambah. Mobilitas ion–ion dalam larutan ditunjang oleh fleksibilitas membran penukar ion. Pemanasan larutan pada rentang temperatur 20–45°C lebih lanjut dapat menyebabkan fleksibilitas membran berkurang. Jika fleksibilitas membran berkurang maka migrasi ion–ion pada reaksi kesetimbangan antar muka larutan–membran berkurang. Hal ini dikarenakan dengan bertambahnya temperatur maka energi kinetik molekul membran bertambah sehingga pertahanan struktur gelasnya berkurang. Dengan demikian dapat dinyatakan pada rentang temperatur 20–45°C struktur membran masih stabil, sedangkan kelarutan Rhodamin B bertambah yang menyebabkan jumlah anion ArCOO^- dalam larutan dan dalam membran cukup banyak. Hal ini menyebabkan rasio konsentrasi Rhodamin B dalam larutan dan dalam membran menjadi lebih besar sehingga respon ESI *Nernstian*.

Aplikasi sensor potensiometri Rhodamin B pada penentuan kadar Rhodamin B dalam saos tomat secara potensiometri dan spektrofotometri visibel

Hasil pengukuran konsentrasi Rhodamin B dalam sampel riil saos tomat yang digunakan dalam jajanan makanan bakso dan cilok yang beredar di kota Malang disajikan dalam Tabel 1. Data Tabel 1 menyatakan bahwa pada konsentrasi 17,32–24,88 ppm kedua metoda memberikan akurasi dan presisi yang baik yakni untuk metoda potensiometri menggunakan sensor potensiometri Rhodamin B akurasi rata-ratanya adalah yang

memberikan akurasi 94,66% dan presisi 92,15%. Sedangkan untuk metoda spektrofotometri visibel memberikan akurasi sebesar 96,85% dan presisi sebesar 95,86%.

Tabel 1. Perbandingan metode potensiometri dan spektrofotometri visible

Sampel	[Rhodamin B] secara potensiometri	Akurasi (%)	Presisi (%)	[Rhodamin B] secara spektrofotometri visible	Akurasi (%)	Presisi (%)
Saos bakso	24,876 ± 2,013 ppm	94,54	91,91	23,487 ± 1,714 ppm	94,40	92,70
Saos cilok	17,324 ± 1,319 ppm	94,78	92,39	15,538 ± 0,154 ppm	99,33	99,01

KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa pada kinerja sensor tidak dipengaruhi oleh pH 4–5 dan temperatur 20–45 °C . Sensor dapat diaplikasikan pada sampel riil saos tomat makanan bakso dan cilok pada konsentrasi 17,32–24,88 ppm memberikan akurasi 94,66% dan presisi 92,15% yang tidak berbeda secara bermakna dengan metoda standar spektrofotometri visibel.

DAFTAR PUSTAKA

1. Badan Pengawas Obat dan Makanan R. I., 2004, *Food Watch Sistem Keamanan Terpadu*, Badan POM R.I., Jakarta.
2. Silalahi, J. dan Rahman F., 2011, *Analisis Rhodamin B pada Jajanan Anak Sekolah Dasar di Kabupaten Labuhan Batu Selatan, Sumatera Utara*, J. Indon Med Assoc., 61, No 7.
3. Shen, H., 1999, *Application of Ion–Selective Electrodes in Flow Injection Analysis and Electrode Arrays in Ion Chromatography*, Thesis, La Trobe University, Australia.
4. Lin, Y.H., 2007, *A Study of The Mobility of Silver Ions in Chitosan Membranes*, Thesis, University Waterloo, Canada.
5. Kannan, N. and Murugavel, S., 2007, *Column Studies on The Removal of Dyes Rhodamine B, Congo Red and Acid Violet by Adsorption on Various Adsorbents*, Electronic Journal of Environment, Agricultural and Food Chemistry, pp 1860–1868.
6. Rundle, C.C., 2003, *Glossary of Terms Used in Ion Selective Electrode Measurements (With Mathematical Formulae)*, Nico2000 Ltd, London, UK.